УДК 536.412

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ ДВОЙНОЙ МОДУЛЯЦИИ В ИЗМЕРЕНИИ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОВОГО РАСШИРЕНИЯ ПРОВОДЯЩИХ ЖИДКОСТЕЙ

Л. А. Благонравов, О. О. Карчевский, П. В. Иванников, А. В. Соболева

(*кафедра молекулярной физики*)

E-mail: blagonravovla@mail.ru

Работа посвящена разработке нового компенсационного метода измерения коэффициента теплового расширения (к.т.р.) проводящих жидкостей [1, 2]. Существенной его особенностью является одновременное использование двух видов модуляционного воздействия различной физической природы на исследуемый образец. Предложенный метод дает возможность проводить прямые измерения локального значения к.т.р. в абсолютных единицах.

Изучение структурных переходов в жидких металлах стимулировало создание нового, модуляционного метода измерения коэффициента теплового расширения. В работах [1, 2] был предложен компенсационный метод измерения коэффициента теплового расширения проводящих жидкостей. Сущность его заключается в том, что на исследуемую проводящую жидкость оказывается одновременно два вида модуляционного воздействия. Одно из них представляет собой периодичеое изменение давления с частотой ν, другое — периодичеий нагрев образца электрическим током, мощность которого изменяется по гармоническому закону с той же частотой. Фазовый сдвиг между колебаниями давления и мощности подбирается таким, чтобы температурные отклики исследуемой жидкости на оба воздействия были в противофазе. Амплитуда колебаний мощности электрического тока устанавливается такой, чтобы амплитуда температурных колебаний жидкости была минимальной (в идеале нулевой). В условиях компенсации коэффициент теплового расширения образца (при постоянном давлении) определяется по формуле

$$\alpha_p = \frac{w_\sim}{2\pi\nu p_\sim VT}, \qquad (1)$$

где $w_\sim$ — амплитуда колебаний мощности электрического тока, $p_\sim$ — амплитуда колебаний давления, ν — линейная частота, V — объем, T — абсолютная температура образца.

Одним из достоинств предложенного метода является то, что использование чувствительной аппаратуры при регистрации температурного сигнала позволяет ограничиваться малыми амплитудами колебаний давления — около 10 атм. При этом амплитуда температурных колебаний составляет десятые доли градуса. Такая величина температурной ступеньки дает возможность по крайней мере в принципе получать значения величины α_p, приближающиеся к истинным значениям. Это важно в тех случаях, когда α_p претерпевает значительные изменения (например, вблизи фазовых переходов). Большинство дилатометрических методов позволяет определять средний коэффициент теплового расширения при температурной ступеньке, составляющей единицы и десятки градусов.

Реализация предложенного метода сопряжена с немалыми техническими трудностями. Поскольку использование двойной модуляции в теплофизическом эксперименте ранее не встречалось, авторами в начале освоения метода была создана установка [3], в которой двойное модуляционное воздействие оказывалось на комбинированный образец. Последний состоял из двух частей, и каждое из упомянутых модуляционных воздействий производилось отдельно на каждую часть образца. Результаты работы [3] продемонстрировали возможность применения двойной модуляции в измерениях коэффициента теплового расширения диэлектрических жидкостей.

Цель настоящей работы заключается в том, чтобы на основе использованной в [3] установки создать такой вариант методики измерений, который позволил бы определять коэффициент теплового расширения проводящих жидкостей. Кроме того, в процессе работы появилась потребность сформулировать те проблемные вопросы, решение которых позволило бы в дальнейшем поднять точность этих измерений.

Описание установки

Установка (рис. 1) включает в себя измерительную ячейку, генератор периодической составляющей давления, устройство, осуществляющее периодический нагрев образца электрическим током, и измерительный тракт *7*. Измерительная ячейка *1* изготовлена из корундовой трубки, концы которой сошлифованы на конус (в работе [3] можно было

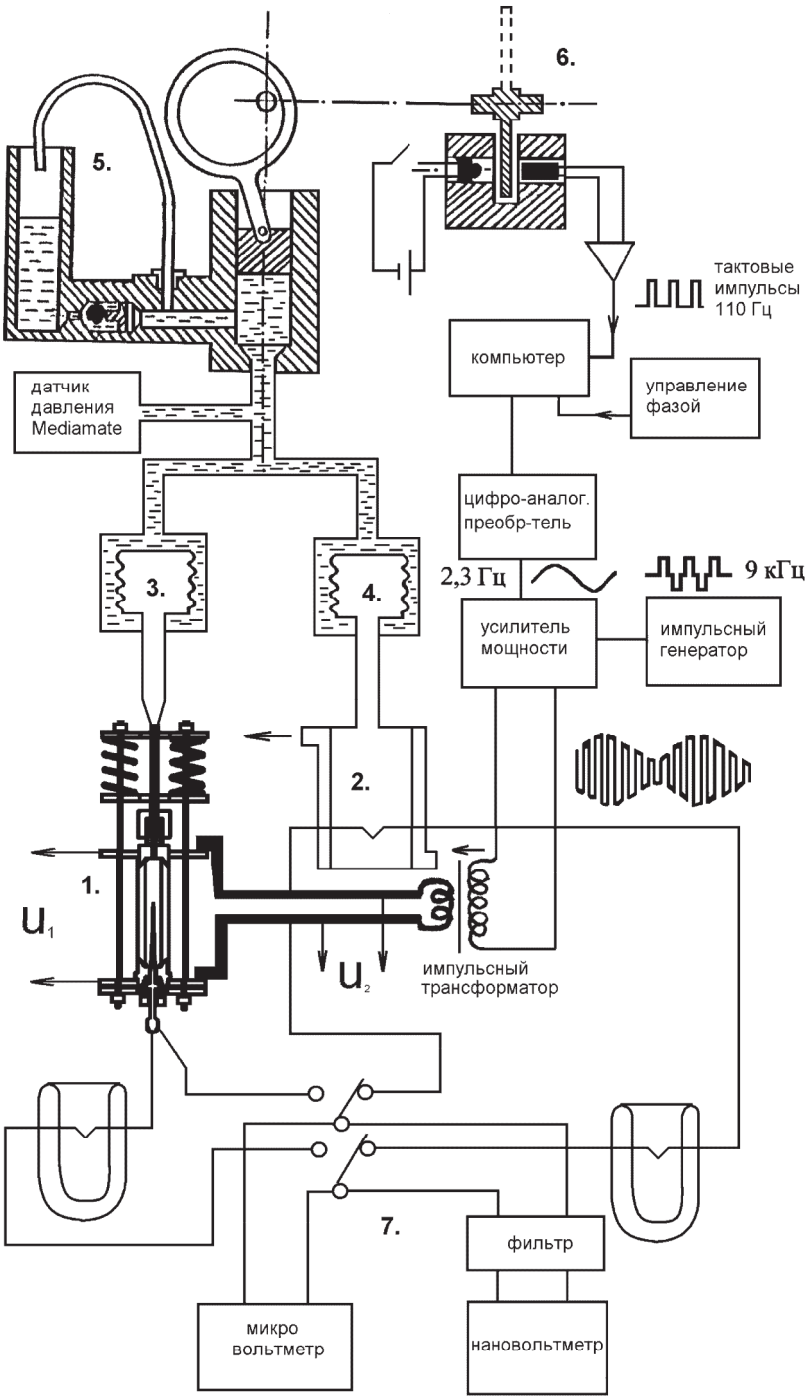

Рис. 1. Схема установки

использовать ячейку, изготовленную из металла). Герметизируется ячейка с помощью металлических наконечников, притертых к конусам трубки. Уплотнение достигается с помощью конических кольцевых прокладок из отожженной меди. Наконечники, изготовленные из нержавеющей стали, стягиваются посредством накидных фланцев и шпилек. Для компенсации различия в коэффициентах теплового расширения материала ячейки (корунд) и материала шпилек (латунь) между фланцами установлены пружины. Внутрь ячейки через нижний наконечник введен хромель-алюмелевый термопреобразователь, заключенный в чехол из нержавеющей стали и изолированный от него алундовой пастой. Термопреобразователь имеет очень малый размер: чехол термопреобразователя в самой узкой своей части имеет диаметр несколько десятых долей миллиметра. Вследствие этого термопреобразователь обладает малой инерционностью. Верхний наконечник ячейки присоединен к сильфонной камере, с помощью которой переменное давление от генератора периодичеой составляющей давления передается жидкости, находящейся в ячейке. Генератор периодичеой составляющей давления *5* представляет

собой разновидность поршневого насоса, в котором возвратно-поступательные движения поршня вызывают циркуляцию вязкой жидкости в замкнутом контуре, создавая при этом периодичеое изменение давления в системе. Подробно работа генератора описана в статье [4]. Две сильфонные камеры *3, 4* позволяют передавать колебания давления от генератора в измерительную ячейку и одновременно в ячейку с эталонной жидкостью *2* (изооктан), разделяя в то же время исследуемые жидкости и рабочую жидкость генератора (касторовое масло).

Для реализации применяемого метода измерения необходимо использовать такой способ модуляции электрического тока, при котором колебания последнего происходили бы синхронно с колебаниями давления. Для этого на одном валу с генератором переменного давления установлено устройство, инициирующее формирование модулирующего напряжения 6. Устройство представляет собой секторный диск, при вращении которого чередование темных и светлых секторов вызывает периодичеое прерывание светового потока в паре светодиод–фотодиод. На выходе фотодиода формируется последовательность прямоугольных импульсов одинаковой длительности и равной амплитуды. Частота следования импульсов зависит от скорости вращения вала привода насоса и составляет приблизительно 110 Гц. Полученные синхроимпульсы поступают на плату L-305, имеющую в своем составе цифровые входы, цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП) и процессор цифровой обработки сигналов. С помощью специально разработанной программы в ЦАП синтезируется синусоидальный сигнал (или сигнал любой заданной формы), синхронизированный с вращением вала насоса (частота порядка 2.3 Гц). Предусмотрена возможность оперативного изменения сдвига фаз между колебаниями давления и колебаниями мощности электрического тока. Плата установлена в компьютере и управляется с его клавиатуры. В целях предотвращения попадания на термодатчик прямой наводки от источника модулирующего напряжения в настоящей работе используется нагрев током высокой (порядка 9 кГц) частоты с амплитудной модуляцией, что позволило также уменьшить размеры силового трансформатора. Управляемый источник тока состоит из силовой и измерительной частей. Задающий генератор формирует управляющие импульсы с частотой 9 кГц, обеспечивающие работу силовых транзисторных ключей, к выходу которых подключена первичная обмотка силового трансформатора. Модуляция выходного тока осуществляется путем изменения напряжения на силовых ключах. Измерение электрической мощности, рассеиваемой в ячейке, осуществляется с помощью аналогового перемножения двух сигналов, один из которых пропорционален падению напряжения на ячейке, а другой пропорционален току, протекающему через ячейку. Таким образом, на выходе перемножителя образуется сигнал, пропорциональный мощности, выделяемой в ячейке. Этот сигнал включен в цепь отрицательной обратной связи через схему сравнения, благодаря чему переменная составляющая мощности в точности повторяет форму входного сигнала. Это значит, что если управляющее напряжение U_{input} изменяется по гармоническому закону, то и переменная составляющая мощности, выделяемой в образце, изменяется относительно положительного среднего значения в соответствии с формулой $w(t) = w_0 \sin \Omega t$, где $\Omega/2\pi = 2.3$ Гц. С выхода усилителя напряжение поступает на понижающий импульсный трансформатор. Вторичная обмотка представляет собой один виток медной шины, концы которой закреплены на фланцах, стягивающих стальные наконечники измерительной ячейки.

Апробация метода

Ранее, как отмечалось выше, испытания описанного метода производились с применением комбинированного образца, при этом в качестве исследуемой жидкости использовался диэлектрик [3]. В настоящей работе в качестве жидкого металла была использована смесь K–Na эвтектического состава. Это позволило выполнять наладочные работы при комнатной температуре, поскольку указанная смесь затвердевает при температуре 5°C. Использование датчика давления Mediamate-1000 дает возможность измерять амплитуду колебаний давления в абсолютных единицах. Калибровка датчика осуществлялась с помощью поршневого манометра МП-60М.

Согласно формуле (1), для определения коэффициента теплового расширения α_p кроме амплитуды колебаний давления необходимо измерять амплитуду колебаний мощности $w_{\sim}$. Сигнал, пропорциональный мощности, снимается с выхода перемножителя. Для получения результатов, близких к абсолютным, необходимо было выполнить калибровку, т. е. нужно было определить зависимость напряжения на выходе перемножителя от абсолютных значений мощности, выделяемой в образце. Измерение мощности осуществлялось в трех вариантах в соответствии с формулами $U_{\text{eff}}^2/R_{\text{sample}}$, $I_{\text{eff}}R_{\text{sample}}$ и $U_{\text{eff}}I_{\text{eff}}$. Здесь U_{eff} — эффективное значение напряжения на измерительной ячейке; I_{eff} — эффективное значение силы тока, протекающего через ячейку; R_{sample} — сопротивление образца. Эффективные значения напряжения и силы тока определяются формулами $U_{\text{eff}} = \frac{1}{T}\int\limits_0^T |U(t)|\,dt$ и $I_{\text{eff}} = \frac{1}{T}\int\limits_0^T |I(t)|\,dt$, где T — период. Сила тока определялась по падению напряжения U_{bus} на термостатируемом отрезке медной шины, по которому ток поступает от импульсного трансформатора к образцу. Таким образом, $I = U_{\text{bus}}/R_{\text{bus}}$, где R_{bus} — сопротивление шины. Калибровка, в которой используется сила тока, менее точна. Это связано с тем, что $U_{\text{bus}} < U$,

так как $R_{\text{bus}} \ll R_{\text{sample}}$. При этом $R_{\text{bus}} \sim 10^{-5}$ Ом. Поэтому значение R_{bus} уточнялось путем согласования калибровок. Оценки погрешностей показали, что наиболее точный вариант калибровки соответствует выражению $U_{\text{eff}}^2/R_{\text{sample}}$. Требование совпадения значений мощности, определяемых по трем формулам, позволяет более точно рассчитать величину сопротивления R_{bus}. Поскольку полный сигнал имеет огибающую на частоте 2.3 Гц, а несущую — на частоте 9 кГц, то для полной регистрации его использовались цифровой осциллограф Velleman-100, а также четырехканальный аналого-цифровой преобразователь корпорации National Instruments с RIO-9215 с частотой 100 кГц.

Поскольку в измерениях использовались токи порядка 100 А, важно было убедиться в отсутствии влияния прямой наводки на результаты регистрации температурных колебаний образца. Были проведены контрольные измерения, в которых была изучена зависимость амплитуды температурных колебаний образца от амплитуды колебаний мощности электрического тока, протекающего через образец. Для этого с промежуточного выхода нановольтметра снималось напряжение, представляющее собой усиленный сигнал с термодатчика, т. е. величину, пропорциональную температуре. В отсутствие наводки зависимость амплитуды температурных колебаний от амплитуды колебаний мощности электрического тока должна быть линейной. На рис. 2 показана зависимость температурного отклика от амплитуды колебаний мощности электрического тока, протекающего через образец. На вставке изображен ожидаемый вид зависимости температурного отклика от мощности в случае наложения сигнала, пропорционального прямой наводке, т. е. пропорционального $\sqrt{x}$, где x — мощность.

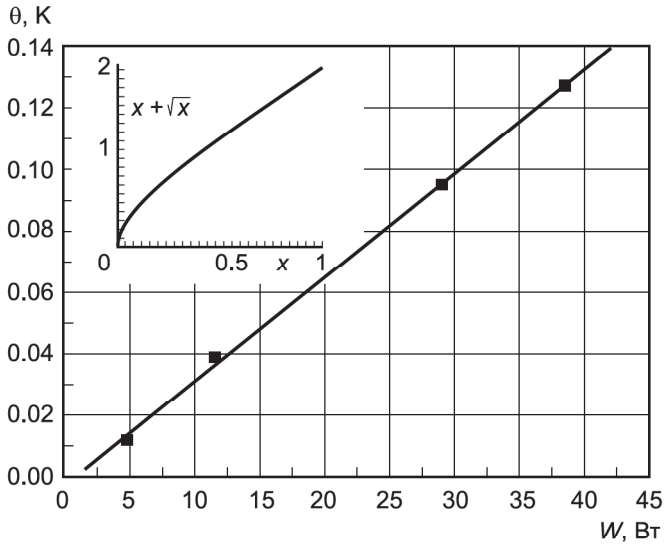

Рис. 2. Зависимость амплитуды температурных колебаний образца от амплитуды колебаний мощности электрического тока

Одним из способов проверки корректности измерений при наличии двух модуляционных воздействий является установление отсутствия зависимости отношения $w_{\sim}/p_{\sim}$ от величины амплитуды колебаний давления $p_{\sim}$ (рис. 3). На рисунке продемонстрировано поведение отношения $w_{\sim}/p_{\sim}$ при различных амплитудах колебаний давления. Видно, что имеется определенный диапазон значений $p_{\sim}$, в котором отношение $w_{\sim}/p_{\sim}$ остается постоянным в пределах погрешностей. Крайние правые две точки на рис. 3, обозначенные пустыми квадратиками, соответствуют пределу возможности усилителя мощности. Форма сигнала мощности в этих условиях претерпевает искажения. Температурный сигнал от воздействия электрическим током не может полностью компенсировать сигнал от воздействия давления. И при максимально возможной компенсации значение отношения $w_{\sim}/p_{\sim}$ оказывается ниже значений при средних и малых амплитудах давления.

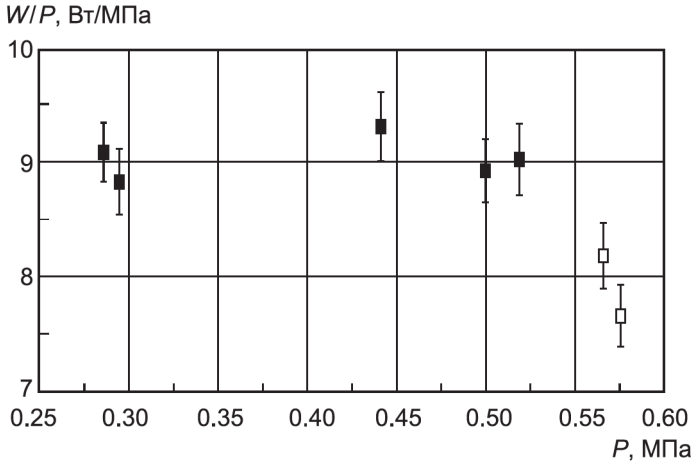

Рис. 3. Проверка выполнимости необходимого условия корректности измерения

Одна из проблем, возникших при практическом осуществлении описываемого метода измерения, связана с тем, что используемый генератор переменной составляющей давления не позволяет обеспечить чисто гармоническую форму колебаний давления в системе. Соответственно температурный отклик среды помимо основного тона содержит гармоники. Поскольку регистрация температурного отклика среды (жидкого металла) осуществляется посредством термодатчика, то форма регистрируемого температурного сигнала еще более усложняется вследствие различия между статической и динамической характеристиками термодатчика. Поэтому на первом этапе апробации метода результаты определения к.т.р. калий-натриевой смеси были получены с использованием суррогатной компенсации. Для ее осуществления необходимо было выделить первые гармонические составляющие для всех четырех сигналов: 1) сигнала давления, 2) температурного отклика на переменное давление, 3) сигнала

мощности электрического тока, 4) температурного отклика на переменный ток. Измерения проводились в следующем порядке: при заданной амплитуде колебаний давления производилась регистрация температурных колебаний образца в единицах выходного напряжения усилителя. Данные записывались в памяти компьютера, при этом с помощью Фурье-анализа определялась первая гармоника как сигнала давления, так и температурного отклика. Затем отключался генератор давления и включалась система модуляции мощности электрического тока. Уровень мощности устанавливался таким, чтобы амплитуда температурных колебаний образца была близка температурному отклику от переменного давления. Производилось несколько измерений, соответствующих разным значениям мощности. Так же как и в первом случае, определялись первые гармоники. Затем путем интерполяции определялось значение мощности, при котором первые гармоники обоих температурных откликов совпадали. Соответствующие этому значению температурного отклика амплитуды мощности и давления использовались для определения к.т.р. Результаты определения к.т.р. калий-натриевой смеси показаны на рис. 4. Крестиками обозначены значения к.т.р. калий-натриевой эвтектики, полученные из данных справочника [5] для температурной зависимости плотности этой смеси. Систематическое расхождение между нашими данными и данными, полученными из [5], составляет около 30–40%. Это примерно соответствует ошибке определения коэффициента теплового расширения из данных о плотности, приведенных в [5]. Существенно то, что в настоящей работе, в отличие от цитированной выше работы [3], достигнута возможность измерения к.т.р. в абсолютных единицах. Достоинством суррогатной компенсации является то, что при таком способе измерения оперируют только гармоническими сигналами. Недостатком является то, что процедура сравнения температурных откликов осуществляется в виде двух последовательных во времени, а не одновременных операций.

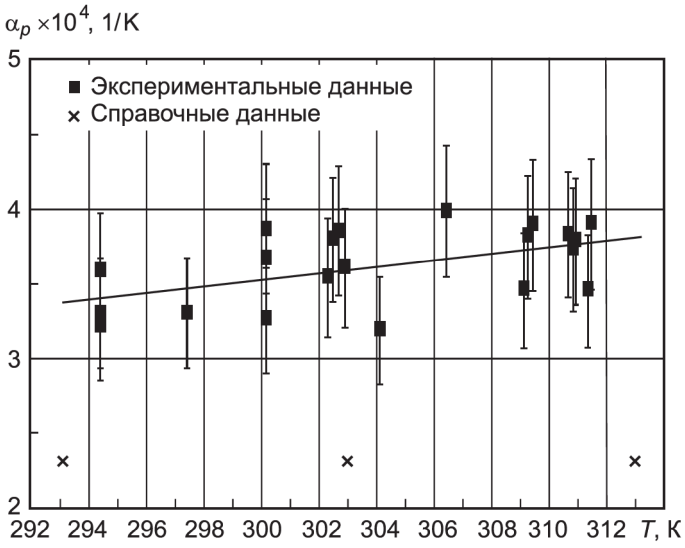

Рис. 4. Температурная зависимость коэффициента теплового расширения α_p смеси K–Na эвтектического состава

Поэтому следующий этап в освоении метода естественно диктовался желанием использовать нормальную компенсацию, при которой два модуляционных воздействия на образец осуществляют-

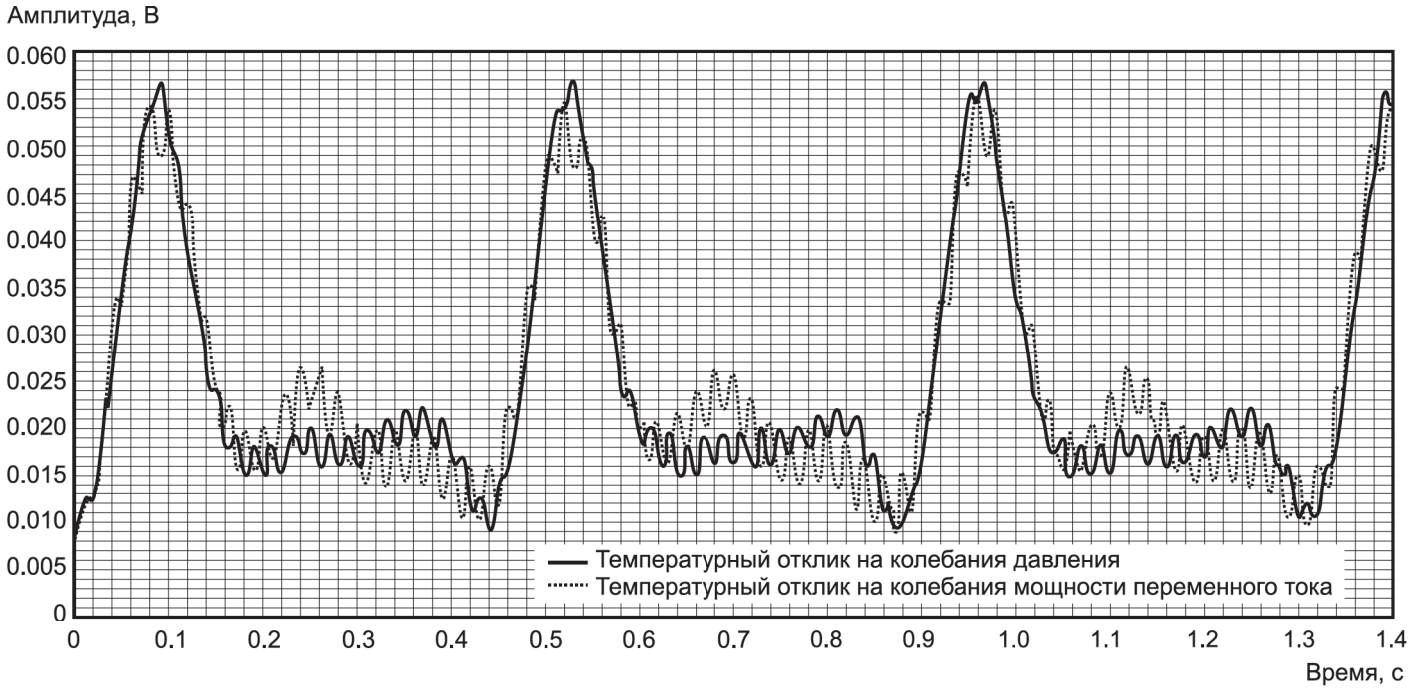

Рис. 5. Сравнение температурных откликов на колебания давления и мощности электрического тока

ся одновременно. Это потребовало создания такой формы модуляции мощности электрического тока, которая обеспечивала бы температурный отклик, совпадающий по форме с тем, который вызван колебаниями давления, но противоположный по знаку. При нормальной компенсации температурный отклик образца вначале минимизируется путем регулировки фазового сдвига между колебаниями давления и колебаниями мощности электрического тока. Дальнейшее уменьшение температурного сигнала (компенсация) осуществляется путем изменения мощности тока. После достижения компенсации производятся измерения амплитуды колебаний давления и амплитуды колебаний мощности электрического тока. На рис. 5 показаны формы температурных откликов, вызванных двумя видами модуляционных воздействий на образец. Как видно из рисунка, формы температурных откликов близки, но не полностью совпадают. Анализ температурного отклика при компенсации показал, что компенсация по первой гармонике составляет в среднем 80%. Коэффициент теплового расширения определялся в соответствии с формулой (1). Для этого определялись амплитуды колебаний давления и мощности электрического тока на основном тоне, т. е. на частоте 2.3 Гц. Спектры всех сигналов определялись методом Фурье-анализа также в программной среде LabView. Полученные в ограниченном температурном интервале результаты прямых измерений к.т.р. калий-натриевой смеси посредством нормальной компенсации имеют предварительный характер. Случайная погрешность результатов даже меньше (7%), чем в случае использования суррогатной компенсации (11%). Однако абсолютные значения оказались завышенными, что связано с изменением свойств самого образца. Завышенные значения к.т.р. можно объяснить попаданием в образец небольшого количества газовой примеси вследствие избыточно длительного пребывания калий-натриевой смеси в измерительной ячейке.

Описанная методика прямых измерений к.т.р. с использованием сигналов негармонической формы может быть существенно улучшена. Резервом увеличения точности измерений к.т.р. является переход на автоматическую компенсацию температурных откликов, которую допускает среда программирования LabView. Модельные эксперименты показали возможность автоматического формирования сигнала, совпадающего с заданным сигналом. Дополнительной возможностью увеличения точности является переход к такой конструкции генератора периодичеой составляющей давления, которая обеспечивала бы практически синусоидальную форму колебаний давления и минимальное содержание гармонических составляющих.

Результаты работы показывают, что применение двойной модуляции дает возможность проводить прямые измерения коэффициента теплового расширения проводящих жидкостей в абсолютном варианте.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 04-02-17297).

Литература

1. *Благонравов Л.А.* Способ измерения коэффициента теплового расширения проводящих жидкостей. Патент на изобретение № 2076313. 9 бюл. 1997. (приор. 08.08.1994).
2. *Благонравов Л.А.* // Письма в ЖТФ. 1995. **21**, № 24. С. 51.
3. *Благонравов Л.А., Карчевский О.О., Иванников П.В., Клепиков А.С.* // Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 2003. № 3. С. 17 (Moscow University Phys. Bull. 2003. No. 3. P. 22).
4. *Благонравов Л.А., Модхен Ф.* // Приборы и техника эксперимента. 1991. № 4. С. 167.
5. *Кириллов П.Л., Денискина Н.Б.* Теплофизические свойства жидкометаллических теплоносителей: Справочные таблицы и соотношения. Обзор ФЭИ-0291. М., 2000.

Поступила в редакцию
21.02.07